

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-008866

(43)Date of publication of application : 11.01.2002

(51)Int.Cl.

H05B 33/14

C09K 11/06

(21)Application number : 2001-117824

(71)Applicant : TORAY IND INC

(22)Date of filing : 17.04.2001

(72)Inventor : KOHAMA TORU

KITAZAWA DAISUKE

NISHIYAMA TAKUYA

(30)Priority

Priority number : 2000115393 Priority date : 17.04.2000 Priority country : JP

(54) LIGHT ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a light emitting element of high electric energy utilization efficiency, high luminance, and high color purity.

SOLUTION: This element includes a luminous substance between an anode and a cathode and emits light with electric energy. The element contains a compound described as the following general formula (1). (Herein, A is a spirobifluorene skeleton, B is a fluorescent skeleton, and n is any natural number of 1 to 4).



(1)

Partial Translation of Reference A

Jpn. Pat. Appln. KOKAI Publication No. 2002-008866

Filing No.: 2001-117824

Filing Date: April 17, 2001

Applicant: Toray Industries, Inc.

Priority: April 17, 2000

KOKAI Date: January 11, 2002

Request for Examination: Not filed

Int.Cl.<sup>7</sup>: H05B 33/14

C09K 11//06

---

## CLAIMS

1. A light-emitting element having a positive electrode, a negative electrode, and a light-emitting substance held between them that emits light by application of electric energy, comprising a compound represented by the following General Formula (1).

[Formula 1]



(wherein, A represents a spirobifluorene skeleton; B represents a fluorescent skeleton; and n is a natural number of 1 to 4).

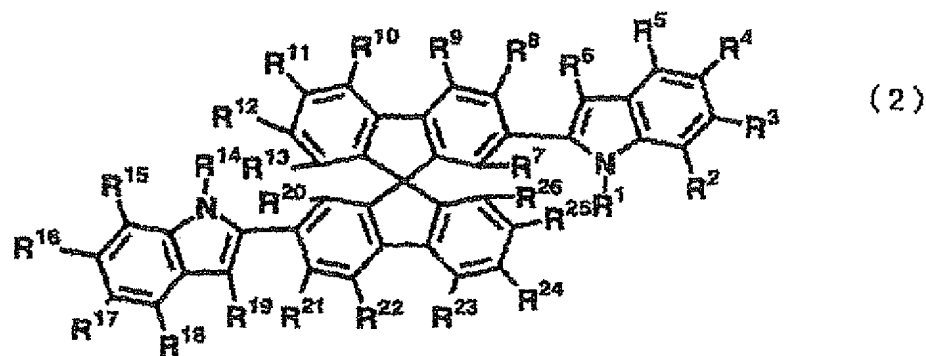
2. The light-emitting element according to claim 1, wherein B in the General Formula (1) is a fused ring consisting of electron-donating nitrogen and/or carbon atoms.

3. The light-emitting element according to claim 2, wherein B in the General Formula (1) comprises a pyrrole skeleton.

4. The light-emitting element according to claim 1, wherein the compound represented by the General Formula (1) is racemic form.

5. The light-emitting element according to claim 3, wherein the compound represented by the General Formula (1) is a compound represented by the following General Formula (2):

[Formula 2]



(wherein, R<sup>1</sup> to R<sup>26</sup> each independently represent a group selected from a hydrogen atom; alkyl, cycloalkyl, aralkyl, alkenyl, cycloalkenyl, alkynyl, hydroxyl, mercapto, alkoxy, alkylthio, aryether, arylthioether, aryl, and heterocyclic groups; halogen atoms; haloalkane, haloalkene, and haloalkyne groups; cyano, aldehyde, carbonyl, carboxyl, ester, carbamoyl, amino, nitro, silyl, siloxanyl groups; and ring systems thereof formed with a neighboring group).

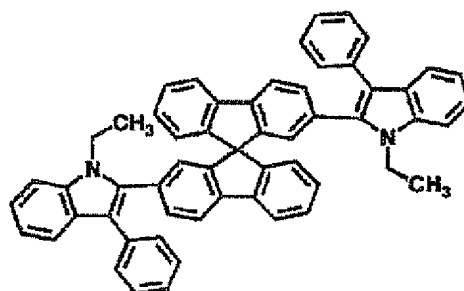
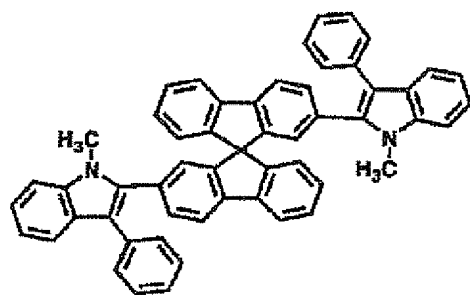
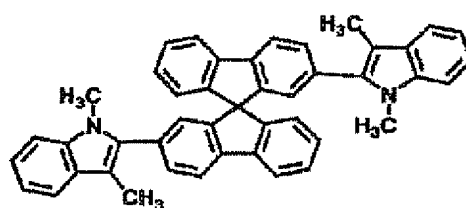
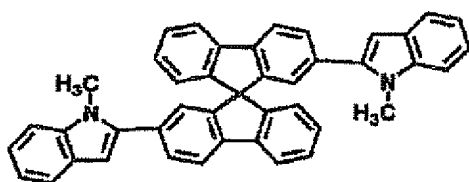
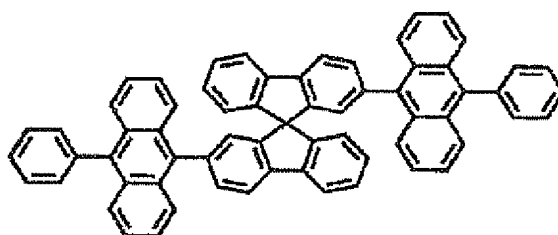
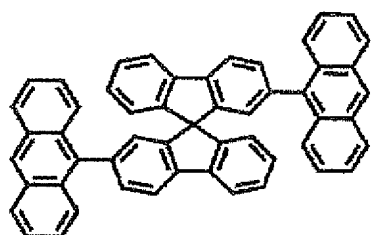
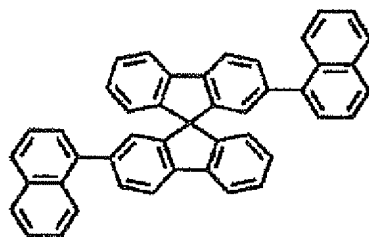
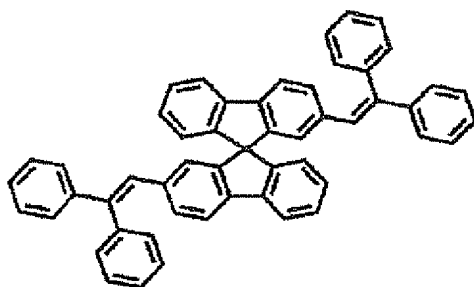
6. The light-emitting element according to claim 1, wherein the compound represented by the General Formula (1) is a light-emitting material.

7. The light-emitting element according to claim 1, for use in a display in the matrix and/or segment mode.

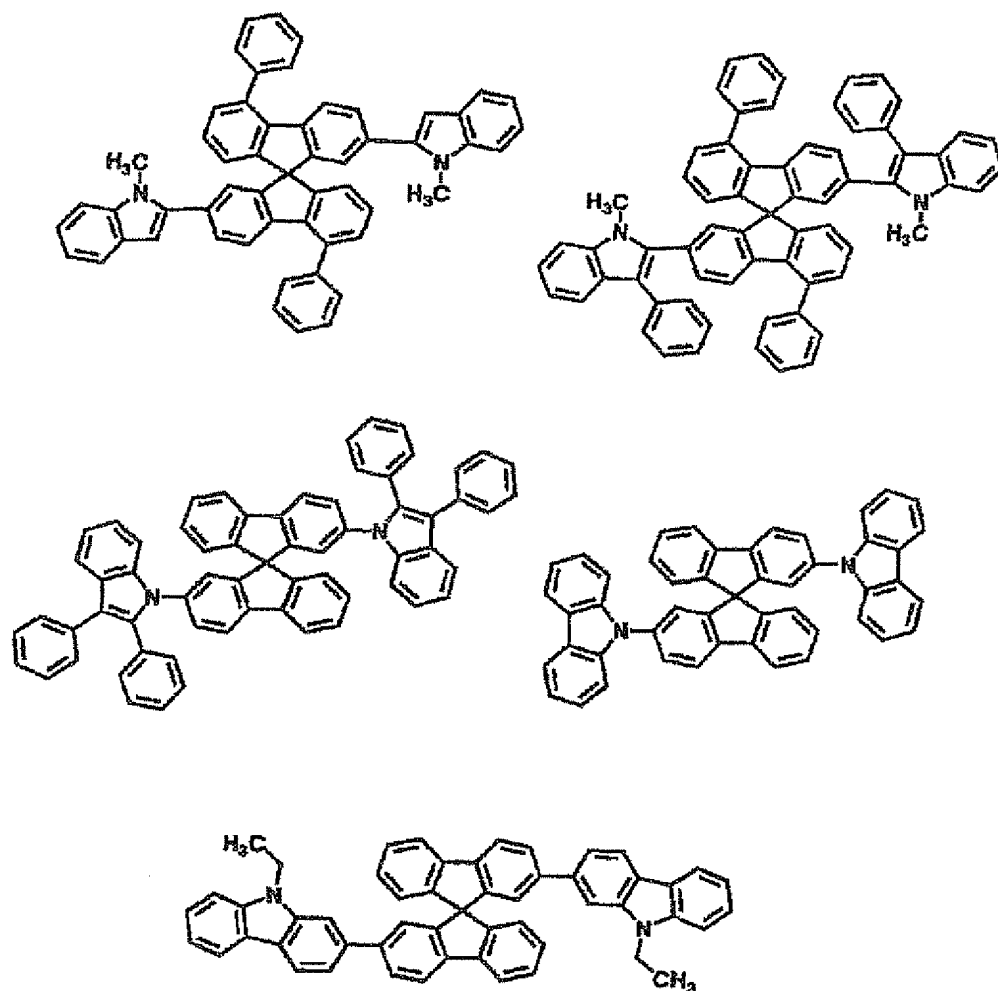
[0028]

As preferred examples represented by the General Formula (1) and (2), the following structures are listed, but not limited to.

[0029]



[0030]



[0031]

Any one of the compounds represented by the General Formulae (1) and (2) may be used as a dopant or host material, but the compound, which is superior in film-forming efficiency and highly fluorescent in the thin film state, is used more favorably as the host material.

[0046]

## [Examples]

Hereinafter, the present invention will be described with reference to Examples and Comparative Examples, but it should be understood that the present invention is not restricted by these Examples.

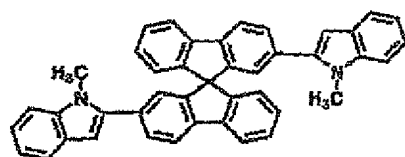
[0047]

## Example 1

A glass substrate having a transparent conductive ITO film deposited to a thickness of 150 nm (manufactured by Asahi Glass Co., Ltd., 15  $\Omega/\square$ , electron-beam deposition product) was cut into pieces of 30×40 mm in size and the substrates were etched. The substrate obtained was ultrasonicated in acetone and "Semicoclean 56" respectively for 15 minutes, and then washed with ultrapure water. It is then ultrasonicated in isopropyl alcohol for 15 minutes, immersed in hot methanol for 15 minutes, and dried. The substrate was treated with UV-ozone for one hour immediately before preparation of the element and then placed in a vacuum evaporator, and the apparatus was evacuated to a vacuum of  $1 \times 10^{-5}$  Pa or less. N,N'-diphenyl-N,N'-(3-methylphenyl)-1,1'-diphenyl-4,4'-diamine (TPD) was first deposited by resistance-heating method as hole-transporting material to a thickness of 50 nm, forming a hole-transporting layer. Then, EM1 shown below was deposited as a light-emitting material to a thickness of 15 nm, forming a light-emitting layer. Then, 2,9-dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline (vasocuproin) was deposited to a thickness of 35 nm, forming an electron-transporting layer, and finally, lithium and silver were deposited respectively to thicknesses of 0.5 nm and 150 nm, forming a negative electrode, to give a 5×5 mm-square element.

[0048]

[Formula 8]



EM - 1

[0049]

The light-emitting element emitted a blue light having an emission peak wavelength of 434 nm at a high maximum brightness of 342 cd/m<sup>2</sup> and at high color purity.

[0050]

#### Example 2

A light-emitting element was prepared in a similar manner to Example 1, except that the hole-transporting layer was not formed and each of the TPD and the EM1 was deposited to a thickness of 70 nm. The light-emitting element emitted a blue light having an emission peak wavelength at 452 nm at a maximum brightness of 426 cd/m<sup>2</sup> and at high color purity.

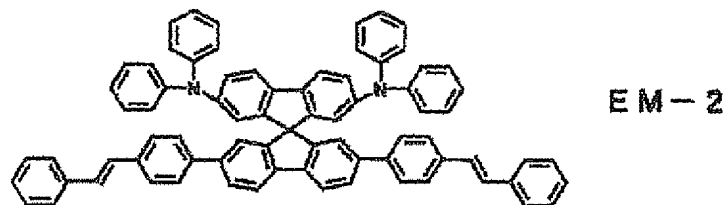
[0051]

#### Comparative Example 1

A light-emitting element was prepared in a similar manner to Example 1, except that the EM2 shown below was used as the light-emitting material.

[0052]

[Formula 9]



[0053]

The light-emitting element emitted a light having an emission peak wavelength at 450 nm at a low maximum brightness of only 50 cd/m<sup>2</sup>.

[0054]

#### Example 3

A light-emitting element was prepared in a similar manner to Example 1, except that the EM1 was used as the hole-transporting material and tris(8-quinolinol)aluminum

complex ( $\text{Alq}_3$ ), as the light-emitting material. The light-emitting element emitted a favorable green light.

[0055]

#### Example 4

A glass substrate having an ITO transparent conductive film deposited to a thickness of 150 nm (manufactured by Asahi Glass Co., Ltd.,  $15\Omega/\square$ , electron beam-deposited product) was cut into pieces of 30×40 mm in size, and a striped pattern of 32 stripes at a pitch of 300  $\mu\text{m}$  (blank width: 270  $\mu\text{m}$ ) was formed by photolithographic method. One terminal of the ITO stripe in the length direction is expanded to a pitch of 1.27 mm (opening width: 800  $\mu\text{m}$ ) for easier external electrical connection. The substrate obtained was ultrasonicated in acetone and "Semicoclean 56" respectively for 15 minutes and then washed with ultrapure water. Subsequently, it is ultrasonicated in isopropyl alcohol for 15 minutes, immersed in hot methanol for 15 minutes, and dried. The substrate was treated with UV-ozone for one hour before preparation of the element and placed in a vacuum evaporator, which was then evacuated to a vacuum of  $5 \times 10^{-4}$  Pa or less. The TPD was first deposited to a thickness of 100 nm by resistance-heating method. The EM1 described above was then deposited to a thickness of 50 nm as a light-emitting material. A mask having sixteen 250- $\mu\text{m}$  openings (blank width: 50  $\mu\text{m}$ , corresponding to 300  $\mu\text{m}$  pitch) was then formed on a Kovar plate having a thickness of 50  $\mu\text{m}$  by wet etching, and the mask was then adhered to the ITO substrate from the rear face with a magnet in the direction perpendicular to the ITO stripe under vacuum. Then, magnesium and aluminum was deposited to thicknesses of 50 nm and 150 nm, to give a 32×16 dot matrix element. The element displayed characters favorably without crosstalk, when operated in the matrix mode.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-8866

(P2002-8866A)

(43) 公開日 平成14年1月11日 (2002.1.11)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターミナル* (参考)
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B 3 K 0 0 7
C 0 9 K 11/06	6 1 0	C 0 9 K 11/06	6 1 0
	6 4 5		6 4 5

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-117824(P2001-117824)

(22) 出願日 平成13年4月17日 (2001.4.17)

(31) 優先権主張番号 特願2000-115393(P2000-115393)

(32) 優先日 平成12年4月17日 (2000.4.17)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 小濱 亨

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 北澤 大輔

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 西山 卓哉

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04 BA06 CA01

CB01 DA01 DB03 EB00

(54) 【発明の名称】 発光素子

(57) 【要約】

【課題】電気エネルギーの利用効率が高く、高輝度かつ高色純度の発光素子を提供する。

【解決手段】正極と負極の間に発光物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子が下記一般式(1)で表される化合物を含むことを特徴とする発光素子。

【化1】



(ここで、Aはスピロビフルオレン骨格、Bは蛍光性骨格、nは1~4いずれかの自然数である。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】正極と負極の間に発光物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子が下記一般式(1)で表される化合物を含むことを特徴とする発光素子。

## 【化1】



(ここで、Aはスピロビフルオレン骨格、Bは蛍光性骨格、nは1～4のいずれかの自然数である。)

【請求項2】前記一般式(1)のBが電子供与性窒素お

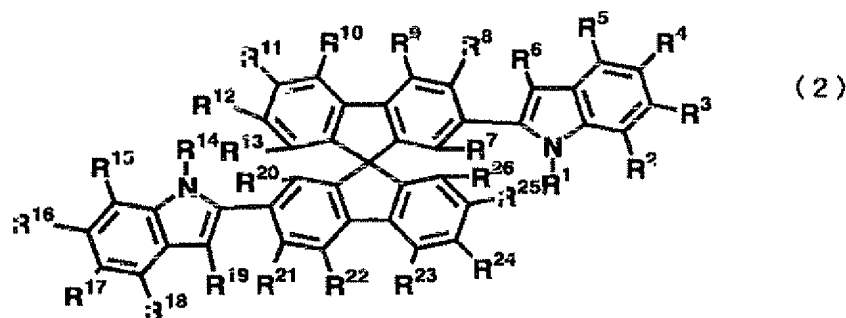
よび／または炭素で構成される縮合環であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項3】前記一般式(1)のBがピロール骨格を含むことを特徴とする請求項2記載の発光素子。

【請求項4】前記一般式(1)で表される化合物がラセミ体であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項5】前記一般式(1)で表される化合物が下記一般式(2)で表されることを特徴とする請求項3記載の発光素子。

## 【化2】



(ここでR<sup>1</sup>～R<sup>26</sup>はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アラルキル基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、水酸基、メルカプト基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、複素環基、ハロゲン、ハロアルカン、ハロアルケン、ハロアルキン、シアノ基、アルデヒド基、カルボニル基、カルボキシ基、エステル基、カルバモイル基、アミノ基、ニトロ基、シリル基、シロキサニル基、隣接置換基との間に形成される環構造、の中から選ばれる。)

【請求項6】前記一般式(1)で表される化合物が発光材料であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項7】マトリクスおよび／またはセグメント方式によって表示するディスプレイであることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電気エネルギーを光に変換できる素子であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機、光信号発生器などの分野に利用可能な発光素子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】負極から注入された電子と正極から注入された正孔が両極に挟まれた有機蛍光体内で再結合する際に発光するという有機積層薄膜発光素子の研究が近年活発に行われている。この素子は、薄型、低駆動電圧下での高輝度発光、蛍光材料を選ぶことによる多色発光が特徴であり注目を集めている。

【0003】この研究は、コダック社のC. W. Tangらが有機積層薄膜素子が高輝度に発光することを示して以来( Appl. Phys. Lett. 51 (12) 21, p. 913, 1987)、多くの研究機関が検討を行っている。コダック社の研究グループが提示した有機積層薄膜発光素子の代表的な構成は、ITOガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層であるトリス(8-キノリノラト)アルミニウム錯体、そして負極としてMg:Agを順次設けたものであり、10V程度の駆動電圧で1,000cd/m<sup>2</sup>の緑色発光が可能であった。現在の有機積層薄膜発光素子は、上記の素子構成要素の他に電子輸送層を設けているものなど構成を変えているものもあるが、基本的にはコダック社の構成を踏襲している。

【0004】多色発光の中では緑色発光材料の研究が最も進んでおり、現在は赤色発光材料と青色発光材料において、耐久性に優れ十分な輝度と色純度特性を示すものが望まれ、特性向上を目指して鋭意研究がなされている。

【0005】青色発光材料としては、キノリノール誘導体金属錯体、オキサジアゾール誘導体、ジスチリルアリレン誘導体、ジフェニルアントラセン誘導体などが挙げられる。最近では、スピロ構造の導入で結晶性を低下させたスピロ系材料も提案されている(特開平7-278537号公報、特開平11-273863号公報)。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来技術に用いられる青色発光材料(ホスト材料、ドーパント材料)には、発光効率が低く消費電力が高いものや、耐久性が低く素子寿命の短いものが多く、また、溶液状態では強

い蛍光強度を有していても薄膜状態では濃度消光やエキサイプレックスあるいはエキサイマー形成により蛍光強度が著しく減少し、発光素子に適用した際に高輝度発光が得られないものが多かった。

【0007】また上記スピロ系材料は、結晶性が低いために耐久性が高いと同時に、エキサイプレックスやエキサイマーを形成しないため蛍光強度は強いが、輝度が不十分であるという問題があった。

【0008】本発明は、かかる問題を解決し、電気エネルギーの利用効率が高く、高輝度かつ高色純度の発光素子を提供することを目的とするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は正極と負極の間に発光物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子が下記一般式(1)で表される化合物を含むことを特徴とする発光素子である。

【0010】

【化3】



【0011】(ここで、Aはスピロビフルオレン骨格、Bは蛍光性骨格、nは1~4のいずれかの自然数である。)

【0012】

【発明の実施の形態】本発明において正極は、光を取り出すために透明であれば酸化錫、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリンなどの導電性ポリマーなど特に限定されるものでないが、ITOガラスやネサガラスを用いることが特に望ましい。透明電極の抵抗は素子の発光に十分な電流が供給できればよいので限定されないが、素子の消費電力の観点からは低抵抗であることが望ましい。例えば300Ω/□以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では10Ω/□程度の基板の供給も可能になっていることから、低抵抗品を使用することが特に望ましい。ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶ事ができるが、通常100~300nmの間で用いられることが多い。また、ガラス基板はソーダライムガラス、無アルカリガラスなどが用いられ、また厚みも機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.5mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、SiO<sub>2</sub>などのバリアコートをしたソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用できる。ITO膜形成方法は、電子線ビーム法、スパッタリング法、化学反応法など特に制限を受けるものではない。

【0013】負極は、電子を本有機物層に効率良く注入できる物質であれば特に限定されないが、一般に白金、

金、銀、銅、鉄、錫、亜鉛、アルミニウム、インジウム、クロム、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムなどがあげられるが、電子注入効率をあげて素子特性を向上させるためにはリチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムまたはこれら低仕事関数金属を含む合金が有効である。しかし、これらの低仕事関数金属は、一般に大気中で不安定であることが多く、例えば、有機層に微量のリチウムやマグネシウム(真空蒸着の膜厚計表示で1nm以下)をドーピングして安定性の高い電極を使用する方法が好ましい例として挙げることができるが、フッ化リチウムのような無機塩の使用も可能であることから特にこれらに限定されるものではない。更に電極保護のために白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウムなどの金属、またはこれら金属を用いた合金、そしてシリカ、チタニア、窒化ケイ素などの無機物、ポリビニルアルコール、塩化ビニル、炭化水素系高分子などを積層することが好ましい例として挙げられる。これらの電極の作製法も抵抗加熱、電子線ビーム、スパッタリング、イオンプレーティング、コーティングなど導通を取ることができれば特に制限されない。

【0014】本発明における発光物質とは、1)正孔輸送層/発光層、2)正孔輸送層/発光層/電子輸送層、3)発光層/電子輸送層、4)正孔輸送層/発光層/正孔阻止層、5)正孔輸送層/発光層/正孔阻止層/電子輸送層、6)発光層/正孔阻止層/電子輸送層そして、7)以上の組合わせ物質を一層に混合した形態のいずれであってもよい。即ち、素子構成としては、上記1)~6)の多層積層構造の他に7)のように発光材料単独または発光材料と正孔輸送材料や電子輸送材料を含む層を一層設けるだけでもよい。さらに、本発明における発光物質は自ら発光するもの、その発光を助けるもののいずれにも該当し、発光に関与している化合物、層などを指すものである。

【0015】正孔輸送層は正孔輸送性物質単独または二種類以上の物質を積層、混合するか正孔輸送性物質と高分子結着剤の混合物により形成され、正孔輸送性物質としてはN,N'-ジフェニル-N,N'-ジ(3-メチルフェニル)-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミン、N,N'-ジナフチル-N,N'-ジフェニル-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミンなどのトリフェニルアミン類、ビス(N-アリルカルバゾール)またはビス(N-アルキルカルバゾール)類、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、オキサジアゾール誘導体やフタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体に代表される複素環化合物、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリビニルカルバゾール、ポリシランなどが好ましいが、素子作製に必要な薄膜を形成し、正極から正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であ

れば特に限定されるものではない。

【0016】発光層は発光材料(ホスト材料、ドーパント材料)により形成され、これはホスト材料とドーパント材料との混合物であっても、ホスト材料単独であっても、いずれでもよい。ホスト材料とドーパント材料は、それぞれ一種類であっても、複数の組み合わせであっても、いずれでもよい。ドーパント材料はホスト材料の全体に含まれていても、部分的に含まれていても、いずれであってもよい。ドーパント材料は積層されていても、分散されていても、いずれであってもよい。

【0017】発光材料としては下記一般式(1)に示す化合物が好適に用いられる。

【0018】

【化4】



【0019】ここで、Aはスピロビフルオレン骨格、Bは蛍光性骨格、nは1~4のいずれかの自然数である。

【0020】上記Aは材料の結晶性を低下させ均一な薄膜形成能を発現させるための基本構造であり、上記Bは高輝度発光を得るための発色団である。Bの具体例としては特に限定されるものではないが、ビフェニル、ターフェニル、クウオーターフェニル、ナフチル、フェナンスリル、アントラニル、ピレニル、スチリル、1, 1-ジフェニルエテン-2-イル、インドリル、カルバゾリル、オキサチアゾリル、オキサゾリル、イミダゾリル、オキサジアゾリルなどの置換基が挙げられる。中でも、ナフチル、アントラニル、スチリル、1, 1-ジフェニルエテン-2-イルが好ましい。このように該Aと該Bを適切に組み合わせることにより高輝度発光が実現される。また、Aに対するBの数を適切に組み合わせることにより共役長を調整して高色純度発光を、さらに薄膜形成能や耐久性を高めることにより高輝度で高耐久性な発光が実現される。

【0021】前記Bとしては、電子供与性窒素および／

または炭素で構成される縮合環が好適に用いられる。ここでいう電子供与性窒素とは、共役系に含まれない孤立電子対を有する窒素のことである。またここでいう炭素とはSP2混成軌道あるいはSP3混成軌道を有する炭素原子のいずれであってもよいが、上記縮合環が共役系であったほうが耐熱性と発光特性に優れるため、SP2混成軌道を有する炭素原子がより好適である。このような縮合環を導入することにより、発光材料として適当な電子親和力を付与することができ、耐久性を向上させることが可能となる。

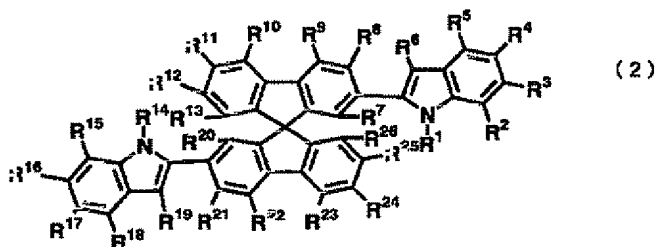
【0022】さらに、より高輝度な発光を得るためには蛍光量子収率が高い骨格が好ましいため、前記縮合環としてはピロール骨格を含む縮合環がより好適に用いられる。このような縮合環の好適な例としては特に限定されるものではないが、1-メチルインドール-2-イル、1-エチルインドール-2-イル、1-フェニルインドール-2-イル、1-メチル-3-フェニルインドール-2-イル、1-エチル-3-フェニルインドール-2-イル、1-フェニル-3-フェニルインドール-2-イル、2, 3-ジフェニルインドール-1-イル、カルバゾール-1-イル、1-メチルカルバゾール-3-イル、1-エチルカルバゾール-3-イル、1-フェニルカルバゾール-3-イルなどの置換基が挙げられる。

【0023】また、前記一般式(1)で表される化合物としてラセミ体が好適に用いられる。ラセミ体とは光学異性体の混合物であり、結晶化速度が非常に遅いため、素子の寿命を大幅に改善することができる。

【0024】上記一般式(1)で表される化合物として、高色純度かつ高輝度の青色発光を長時間にわたり安定して得るために、下記一般式(2)で表される化合物がより好適に使用される。

【0025】

【化5】



【0026】ここでR1~R26はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アラルキル基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、水酸基、メルカプト基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、複素環基、ハロゲン、ハロアルカン、ハロアルケン、ハロアルキン、シアノ基、アルデヒド基、カルボニル基、カルボキシ基、エステル

基、カルバモイル基、アミノ基、ニトロ基、シリル基、シロキサニル基、隣接置換基との間に形成される環構造、の中から選ばれる。

【0027】これらの置換基の内、アルキル基とは例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。また、シクロアルキル基とは例えばシクロプロピル、シクロヘキシル、ノルボルニル、ア

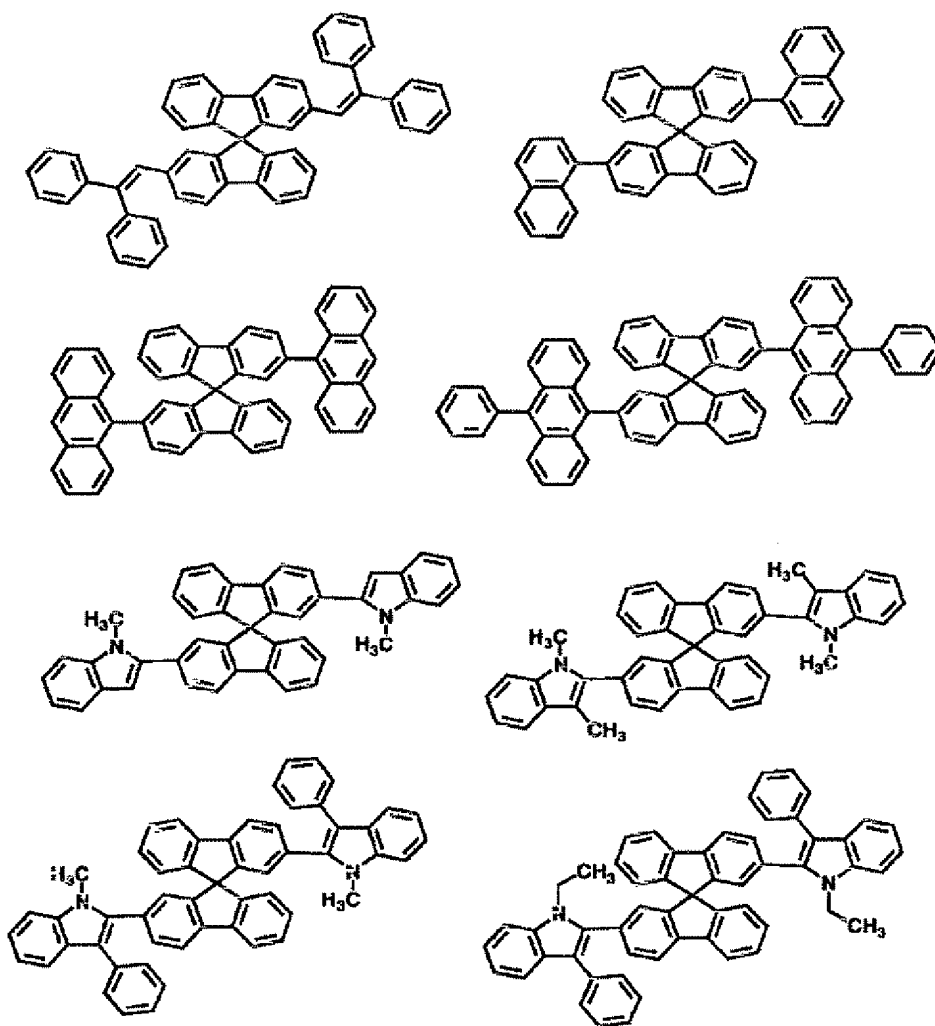
ダマンチルなどの飽和脂環式炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。また、アラキル基とは例えばベンジル基、フェニルエチル基などの脂肪族炭化水素を介した芳香族炭化水素基を示し、脂肪族炭化水素と芳香族炭化水素はいずれも無置換でも置換されていてもかまわない。また、アルケニル基とは例えばビニル基、アリル基、ブタジエニル基などの二重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。また、シクロアルケニル基とは例えばシクロペンテニル基、シクロペンタジエニル基、シクロヘキセン基などの二重結合を含む不飽和脂環式炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。また、アルキニル基とは例えばアセチレニル基などの三重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。また、アルコキシ基とは例えばメトキシ基などのエーテル結合を介した脂肪族炭化水素基を示し、脂肪族炭化水素基は無置換でも置換されていてもかまわない。また、アルキルチオ基とはアルコキシ基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。また、アリールエーテル基とは例えばフェノキシ基などのエーテル結合を介した芳香族炭化水素基を示し、芳香族炭化水素基は無置換でも置換されていてもかまわない。また、アリールチオエーテル基とはアリールエーテル基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。また、アリール基とは例えばフェニル基、ナフチル基、ビフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、ピレニル基などの芳香族炭化水素基を示し、これは

無置換でも置換されていてもかまわない。また、複素環基とは例えばフリル基、チエニル基、オキサゾリル基、ピリジル基、キノリル基、カルバゾリル基などの炭素以外の原子を有する環状構造基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。ハロゲンとはフッ素、塩素、臭素、ヨウ素を示す。ハロアルカン、ハロアルケン、ハロアルキンとは例えばトリフルオロメチル基などの、前述のアルキル基、アルケニル基、アルキニル基の一部あるいは全部が、前述のハロゲンで置換されたものを示し、残りの部分は無置換でも置換されていてもかまわない。アルデヒド基、カルボニル基、エステル基、カルバモイル基、アミノ基には脂肪族炭化水素、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、複素環などで置換されたものも含み、さらに脂肪族炭化水素、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、複素環は無置換でも置換されていてもかまわない。シリル基とは例えばトリメチルシリル基などのケイ素化合物基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。シロキサニル基とは例えばトリメチルシロキサニル基などのエーテル結合を介したケイ素化合物基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。隣接置換基との間に形成される縮合環または脂肪族環は無置換でも置換されていてもかまわない。

【0028】上記一般式(1)および(2)で表される化合物の好適な例として、特に限定されるものではないが、具体的には下記のような構造が挙げられる。

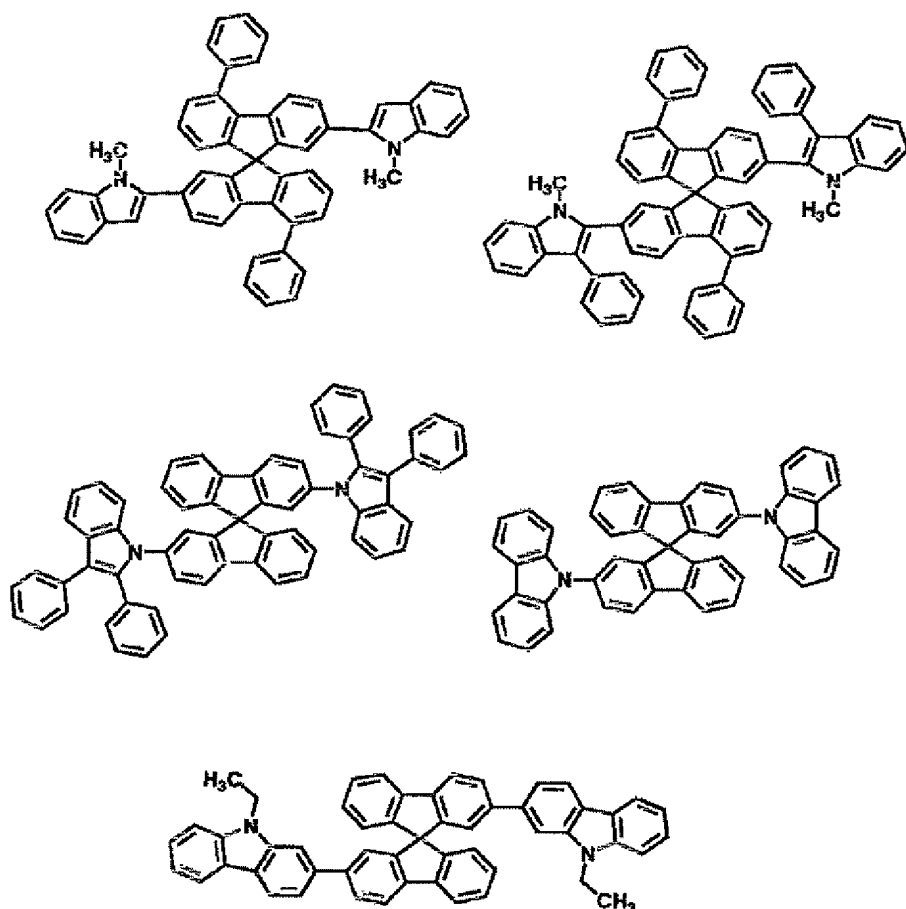
【0029】

【化6】



【0030】

【化7】



【0031】上記一般式(1)および(2)で表される化合物は、いずれもドーパント材料としてもホスト材料としても使用することができるが、該化合物は薄膜形成性に優れ薄膜状態で強い蛍光を有するため、より好適にはホスト材料として用いることができる。

【0032】ドーピング量は、通常多すぎると濃度消光現象が起きるため、通常ホスト材料に対して10重量%以下で用いることが好ましく、更に好ましくは2重量%以下である。ドーピング方法としては、ホスト材料との共蒸着法によって形成することができるが、ホスト材料と予め混合してから同時に蒸着しても良い。

【0033】また、ドーパント材料およびホスト材料は、いずれもそれぞれ一種のみに限定する必要はなく、本発明の化合物を複数混合して用いたり、あるいは既知のドーパント材料およびホスト材料の一種以上を本発明の化合物と混合して用いてもよい。この場合の既知のドーパント材料としてはイソベンゾフラン誘導体、ペリレン誘導体、ジスチリルアリーレン誘導体、カルバゾール誘導体などが挙げられ、また既知のホスト材料としてはキノリノール誘導体金属錯体、オキサジアゾール誘導体、ジスチリルアリーレン誘導体、ジフェニルアントラセン誘導体などが挙げられるが、これらに限定されるも

のではない。

【0034】また、ドーパント材料として上記蛍光性(一重項蛍光)材料だけでなく、燐光性(三重項蛍光)材料も好ましく用いられる。具体的には、ホルフィリン白金錯体やトリス(2-フェニルピリジル)イリジウム錯体、トリス(2-(2-チオフェニル)ピリジル)イリジウム錯体、トリス(2-(2-ベンゾチオフェニル)ピリジル)イリジウム錯体、トリス(2-フェニルベンゾチアゾール)イリジウム錯体、トリス(2-フェニルベンゾオキサゾール)イリジウム錯体、ベンゾキノリンイリジウム錯体などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0035】本発明における電子輸送性材料としては、電界を与えられた電極間において負極からの電子を効率良く輸送することが必要で、電子注入効率が高く、注入された電子を効率良く輸送することが望ましい。そのためには電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質であることが要求される。このような条件を満たす物質として、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム錯体に代表されるキノリノール誘導体金属錯体、トロポロン金属錯体、フラボノ

ール金属錯体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、ナフタレン、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダジン誘導体、ビススチリル誘導体、ピラジン誘導体、フェナントロリン誘導体、シロール誘導体、キノキサリン誘導体などが挙げられるが特に限定されるものではない。これらの電子輸送材料は単独でも用いられるが、異なる電子輸送材料と積層または混合して使用しても構わない。

【0036】正孔阻止層は正孔阻止性物質単独または二種類以上の物質を積層、混合することにより形成され、正孔阻止性物質としてはフェナントロリン誘導体、シロール誘導体、キノリノール誘導体金属錯体、オキサジアゾール誘導体、オキサゾール誘導体などが好ましいが、正孔が負極側から素子外部に流れ出てしまい発光効率が低下するのを阻止することができる化合物であれば特に限定されるものではない。

【0037】本発明の(1)および(2)で表される化合物は上記正孔輸送層、発光層、電子輸送層、正孔阻止層のいずれにも好適に用いることができるが、薄膜状態で色純度が高く強度の大きい蛍光を有しているため、発光材料として発光層に適用することがより好ましい。

【0038】さらに、電子供与性窒素および／または炭素で構成される縮合環を含む場合は、正孔輸送性材料として正孔輸送層や、正孔輸送性ホスト材料として発光層に適用することも好ましい。

【0039】以上の正孔輸送層、発光層、電子輸送層、正孔阻止層に用いられる材料は単独で各層を形成することができるが、高分子結着剤としてポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリブタジエン、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリサルホン、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン樹脂などの溶剤可溶性樹脂や、フェノール樹脂、キシレン樹脂、石油樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などの硬化性樹脂などに分散させて用いることも可能である。

【0040】発光物質の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング、分子積層法、コーティング法など特に限定されるものではないが、通常は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着が特性面で好ましい。層の厚みは、発光物質の抵抗値にもよるので限定することはできないが、1~1000nmの間から選ばれる。

【0041】綺麗な青色表示を行わせるためには、発光スペクトルができるだけ単一ピークであることが好ましいが、場合によっては他のピークとの重なりによって複数の極大点を有したり、ピークの裾に肩が現れることもある。本発明において、ピーク波長とは発光中心波長に

値する主ピークの波長であり、半値幅とはこれらピーク全体において発光中心波長の高さの半分のところのピーク幅であると定義している。

【0042】電気エネルギーとは主に直流電流を指すが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力、寿命を考慮するとできるだけ低いエネルギーで最大の輝度を得られるようにするべきである。

【0043】本発明におけるマトリクスとは、表示のための画素が格子状に配置されたものをいい、画素の集合で文字や画像を表示する。画素の形状、サイズは用途によって決まる。例えばパソコン、モニター、テレビの画像および文字表示には、通常一辺が300 $\mu$ m以下の四角形の画素が用いられるし、表示パネルのような大型ディスプレイの場合は、一辺がmmオーダーの画素を用いることになる。モノクロ表示の場合は、同じ色の画素を配列すればよいが、カラー表示の場合には、赤、緑、青の画素を並べて表示させる。この場合、典型的にはデルタタイプとストライプタイプがある。そして、このマトリクスの駆動方法としては、線順次駆動方法やアクティブマトリクスのどちらでもよい。線順次駆動の方が構造が簡単であるという利点があるが、動作特性を考慮した場合、アクティブマトリクスの方が優れる場合があるので、これも用途によって使い分けが必要である。

【0044】本発明におけるセグメントタイプとは、予め決められた情報を表示するようにパターンを形成し、決められた領域を発光させることになる。例えば、デジタル時計や温度計における時刻や温度表示、オーディオ機器や電磁調理器などの動作状態表示、自動車のパネル表示などがあげられる。そして、前記マトリクス表示とセグメント表示は同じパネルの中に共存していてもよい。

【0045】また本発明の発光素子はバックライトとしても好適に用いることができる。バックライトとは、主に自発光しない表示装置の視認性を向上させる目的に使用され、液晶表示装置、時計、オーディオ機器、自動車パネル、表示板、標識などに使用される。特に液晶表示装置、中でも薄型化が課題となっているパソコン用途のバックライトとしては、従来方式のものが蛍光灯や導光板からなっているため薄型化が困難であることを考えると本発明におけるバックライトは、薄型、軽量が特徴になる。

【0046】

【実施例】以下、実施例および比較例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

【0047】実施例1

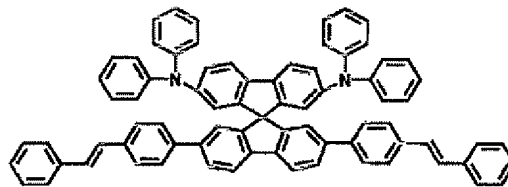
ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板(旭硝子(株)製、15 $\Omega$ /□、電子ビーム蒸着品)を



30×40mmに切断、エッチングを行った。得られた基板をアセトン、"セミコクリン56"で各々15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いてイソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄してから熱メタノールに15分間浸漬させて乾燥させた。この基板を素子を作製する直前に1時間UV-オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が $1 \times 10^{-5}$  Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔輸送材料としてN, N'-ジフェニル-N, N'-(3-メチルフェニル)-1, 1'-ジフェニル-4, 4'-ジアミン (TPD) を50nmの厚さに蒸着し、正孔輸送層を形成した。次に発光材料として下記に示すEM1を15nmの厚さに蒸着し、発光層を形成した。次に2, 9-ジメチル-4, 7-ジフェニル-1, 10-フェナントリン (バソクプロイン) を35nmの厚さに蒸着して電子輸送層を形成し、最後にリチウムを0.5nm、銀を150nm蒸着して負極を形成し、5×5mm角の素子を作製した。

【0048】

【化8】



EM-2

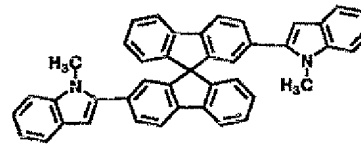
【0053】この発光素子からは、発光ピーク波長が450nm、最高輝度が $50 \text{ cd/m}^2$ の低輝度な発光し得られなかった。

【0054】実施例3

正孔輸送材料としてEM1を、発光材料としてトリス(8-キノリノール)アルミニウム錯体(A1q3)を用いた以外は、実施例1と同様にして発光素子を作成した。この発光素子からは良好な緑色発光が得られた。

【0055】実施例4

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板(旭硝子(株)製、 $15 \Omega/\square$ 、電子ビーム蒸着品)を30×40mmに切断、フォトリソグラフィ法によって300 $\mu\text{m}$ ピッチ(残り幅270 $\mu\text{m}$ )×32本のストライプ状にパターン加工した。ITOストライプの長辺方向片側は外部との電気的接続を容易にするために1.27mmピッチ(開口部幅800 $\mu\text{m}$ )まで広げてある。得られた基板をアセトン、"セミコクリン56"で各々15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いてイソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄し



EM-1

【0049】この発光素子からは、発光ピーク波長が434nm、最高輝度が $342 \text{ cd/m}^2$ の高輝度かつ高色純度の青色発光が得られた。

【0050】実施例2

正孔輸送層を形成せず、前記TPDと前記EM1を70nmの厚さに共蒸着して発光層を形成した以外は実施例1と同様にして発光素子を作製した。この発光素子からは、発光ピーク波長が452nm、最高輝度が $426 \text{ cd/m}^2$ の高輝度かつ高色純度の青色発光が得られた。

【0051】比較例1

発光材料として下記に示すEM2を用いた以外は実施例1と同様にして発光素子を作製した。

【0052】

【化9】

から熱メタノールに15分間浸漬させて乾燥させた。この基板を素子を作製する直前に1時間UV-オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が $5 \times 10^{-4}$  Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず前記TPDを100nm蒸着した。次に発光材料として前記EM1を50nmの厚さに蒸着した。次に厚さ50 $\mu\text{m}$ のコパール板にウエットエッチングによって16本の250 $\mu\text{m}$ の開口部(残り幅50 $\mu\text{m}$ 、300 $\mu\text{m}$ ピッチに相当)を設けたマスクを、真空中でITOストライプに直交するようにマスク交換し、マスクとITO基板が密着するように裏面から磁石で固定した。そしてマグネシウムを50nm、アルミニウムを150nm蒸着して32×16ドットマトリクス素子を作製した。本素子をマトリクス駆動させたところ、クロストークなく文字表示できた。

【0056】

【発明の効果】本発明は、電気エネルギーの利用効率が高く、高輝度かつ高色純度の発光素子を提供できるものである。

